

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ

Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования  
«Уральский государственный университет им. А.М. Горького»

ИОНЦ « Экология и природопользование »

Химический факультет

Кафедра аналитической химии

УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС ДИСЦИПЛИНЫ

**«Методы разделения и концентрирования в анализе объектов окружающей среды»**

Екатеринбург  
2008

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ

Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования  
«Уральский государственный университет им. А.М. Горького»

ИОНЦ « Экология и природопользование »

Химический факультет

Кафедра аналитической химии

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ

**Методы разделения и концентрирования в анализе объектов окружающей среды**

**Программа дисциплины**

Подпись руководителя ИОНЦ \_\_\_\_\_ Радченко Т.А.

« \_\_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 2008 г.

Екатеринбург  
2008

Утверждаю  
Руководитель ИОНЦ «Экология и  
природопользование»  
\_\_\_\_\_ Радченко Т.А.  
(подпись)  
\_\_\_\_\_  
(дата)

Программа дисциплины «Методы разделения и концентрирования в анализе объектов окружающей среды» составлена в соответствии с требованиями федерального/национально-регионального (вузовского) компонента к обязательному минимуму содержания и уровню подготовки: бакалавра, магистра по направлению «Химия» 020100.62 по циклу «СД/ДС» государственного образовательного стандарта высшего профессионального образования.

Семестр \_\_8\_\_

Общая трудоемкость дисциплины \_\_120\_\_, в том числе:

Лекций \_\_\_\_\_26\_\_\_\_\_

Семинаров \_\_\_\_\_

Практических работ \_\_\_\_\_52\_\_\_\_\_

Контрольные мероприятия:

Рефераты \_\_\_\_\_

Коллоквиумы \_\_\_\_\_

Контрольные работы \_\_\_\_\_

Другие \_\_\_\_\_

Автор (составитель, разработчик)

Лакиза Наталья Владимировна, кандидат химических наук, кафедра аналитической химии, Уральский государственный университет им. А.М. Горького

\_\_\_\_\_  
(ФИО, ученая степень, ученое звание, кафедра, вуз)

Рекомендовано к печати протоколом заседания

Экспертно-конкурсной комиссии ИОНЦ «Экология и природопользование»

от \_\_\_\_\_ № \_\_\_\_\_  
(дата)

Согласовано:

Зав.кафедрой аналитической химии

(название кафедры, реализующей данную дисциплину)

\_\_\_\_\_/\_\_\_\_\_  
(подпись) Ф.И.О.

«\_\_» \_\_\_\_\_2008 г.  
(дата)

## **I. Введение**

Дисциплина посвящена рассмотрению и изучению основных принципов и закономерностей разделения и концентрирования при анализе объектов окружающей среды.

Разделение и концентрирование являются одной из стадий подготовки пробы – важного этапа проведения химического анализа. Выбор операции на стадии подготовки пробы зависит главным образом от решаемой задачи, природы объекта и метода последующего определения. Нередко на практике химического анализа применяемый метод обнаружения или определения нужных компонентов не обеспечивает надежных результатов без предварительного устранения влияния мешающих компонентов (в т.ч. и основных, составляющих «матрицу» анализируемого образца). Устранить мешающие компоненты можно двумя способами. Один из них – маскирование. Маскирование не всегда удается осуществить, особенно при анализе многокомпонентных смесей. В этом случае используют другой способ – разделение веществ (или концентрирование).

Роль подготовки пробы в правильном проведении химического анализа настолько велика, что химик-аналитик должен каждый раз оценить необходимость включения различных стадий пробоподготовки (высушивание, разложение, растворение, устранение влияния мешающих компонентов и т.д.) в схему анализа, установить условия проведения этих стадий и оценить возможные погрешности на каждой из них.

### ***1. Цель дисциплины***

Данная дисциплина ставит целью ознакомление и освоение студентами основных подходов, принципов и закономерностей методов разделения и концентрирования при анализе объектов окружающей среды (воздуха, вод, почв), как на основные компоненты, так и на элементы – токсиканты.

Курс входит в структуру дисциплин, направленных на формирование у студентов экологического мышления, развивает и закрепляет у студентов

умение грамотно спланировать эксперименты по анализу объектов окружающей среды.

## **2. Задачи дисциплины**

- ✓ познакомить с основными методами, используемыми для разделения и концентрирования;
- ✓ рассмотреть теоретические основы и общие принципы разделения и концентрирования;
- ✓ познакомить с основными особенностями анализа реальных объектов, в частности, объектов окружающей среды.

## **3. Место дисциплины в системе высшего профессионального образования** (какие дисциплины используются в качестве основы для данной и для каких используется данная дисциплина)

Дисциплина «Методы разделения и концентрирования в анализе объектов окружающей среды» предназначена для студентов IV курса химического факультета Уральского государственного университета им. А.М. Горького, специализирующихся по направлению «Химия окружающей среды, химическая экспертиза и экологическая безопасность» и «Аналитическая химия». Данная дисциплина может быть предусмотрена и для студентов биологического факультета, специализирующихся по направлению «Биология» и специальности «Экология».

В качестве основы для данной дисциплины используются такие *базовые курсы*, как общая и неорганическая химия, аналитическая химия, физическая химия, химия высокомолекулярных соединений, основы экологии и охрана окружающей среды, а также курс высшей математики и общей физики.

Данная дисциплина может быть использована при изучении курсов, рассматривающих особенности анализа объектов окружающей среды и продуктов питания, при изучении экологических дисциплин. Также данная

дисциплина находит применение в следующих дисциплинах: «Химия окружающей среды и химический мониторинг» и «Анализ органических объектов».

**4. Требования к уровню освоения содержания курса** (приобретаемые компетенции, знания, умения, навыки)

Изучение курса «методы разделения и концентрирования в анализе объектов окружающей среды» позволит

- ✓ сформировать у студентов прочные системные знания об основных закономерностях процессов сорбции, межфазного разделения (экстракции, газовой и жидкостной хроматографии), современных гибридных методах анализа;
- ✓ привить умение применять полученные при изучении данного курса знания в дальнейшей практической работе, направленной на решение конкретной задачи при анализе реальных объектов исследования, например, при составлении схемы или выполнении анализа сложного объекта с использованием оптимальных методов разделения и концентрирования.

**5. Методическая новизна курса** (новые методики, формы работы, авторские приемы в преподавании курса)

При изучении дисциплины основное внимание уделяется не только характеристике основных методов разделения, но и характеристики объектов исследования. Причем эти два указанных аспекта рассматриваются как единое целое, что позволяет сформировать у студентов – будущих квалифицированных специалистов – целостную картину схемы анализа сложных объектов различной природы. На каждой лекции выдается базовый раздаточный материал (схемы, графики, таблицы), рекомендуются конкретные литературные источники.

Изучение курса включает также выполнение цикла базовых лабораторных работ, в которых студенты знакомятся с особенностями анализа реальных объектов.

Приобретенное в рамках Инновационного проекта кафедрой аналитической химии нового и уникального оборудования – высокоэффективного жидкостного хроматографа типа LC-20, поддерживающего градиентное элюирование по низкому давлению, со спектрофотометрическим детектором, термостатом колонок и дегазатором, а также газового хроматографа с цифровым контролем газа-носителя Termo Focus GC и с возможностью автоматического определения параметров колонки, компенсации изменения условий окружающей среды и частотой сбора данных до 300 Гц – позволит ознакомить студентов с основными узлами современных хроматографических приборов и получить навыки работы на них.

## **II. Содержание курса**

### **1. Разделы курса, темы, их краткое содержание**

#### **Тема 1. Предмет и задачи курса.**

Общая характеристика методов разделения и концентрирования. Основные понятия: разделение, концентрирование (относительное и абсолютное), выделение. Классификация методов разделения и концентрирования по числу контактирующих фаз, по агрегатному состоянию контактирующих фаз. Количественные характеристики процессов разделения и концентрирования: коэффициент распределения, степень извлечения, коэффициент концентрирования и коэффициент разделения.

#### **Тема 2. Разделение методом осаждения.**

Осаждение микроэлементов, соосаждение. Осаждение матрицы. Гетерогенное равновесие. Константа гетерогенного равновесия. Полное осаждение одного компонента в присутствии другого. Влияние кислотности

раствора и присутствия посторонних комплексообразователей на полноту разделения.

### **Тема 3. Экстракция как метод разделения и концентрирования.**

Основные определения: экстракция, экстрагент, экстракт, реэкстракция, реэкстрагент, реэкстракт. Экстракция микро- и макрокомпонентов. Преимущества и недостатки экстракции. Основные законы и количественные характеристики экстракции. Расчет количества экстракций, необходимых для полного извлечения компонента в органическую фазу. Константа экстракции. Типы экстрагирующихся соединений (классификация по Ю.А. Золотову). Экстракция неполярных и малополярных веществ. Экстракция комплексных металлокислот. Влияние pH раствора, заряда и размера комплексного аниона, устойчивости комплексного иона, электроотрицательности периферийных атомов и сольватирующей способности экстрагента на экстракцию комплексных металлокислот. Экстракция внутрикомплексных соединений (ВКС). Влияние кислотности водной фазы, концентрации реагента, константы распределения и константы диссоциации реагента, константы устойчивости и константы распределения комплекса, конкурирующих реакций в водной фазе, солей-электролитов, концентрации элемента, температуры, растворителя на экстракцию ВКС. Характеристика основных экстракционных реагентов: ацетилацетон, дифенилтиокарбазон (дитизон), 8-оксихинолин и диэтилдитиокарбаминат натрия.

### **Тема 4. Хроматография как метод разделения и концентрирования.**

История развития хроматографии. Классификация хроматографических методов по агрегатному состоянию фаз, по технике выполнения, по механизму взаимодействия сорбента и сорбата, по цели хроматографического процесса, в зависимости от способа проведения хроматографического процесса. Хроматографический пик и его характеристики. Основные хроматографические параметры: время и объем



удерживания, исправленное время и исправленный объем удерживания. Коэффициент удерживания. Коэффициент емкости. Коэффициент селективности.

#### **Тема 5. Физико-химические основы хроматографического процесса.**

Теория равновесной хроматографии. Теории неравновесного хроматографического разделения: теория теоретических тарелок и кинетическая теория хроматографии.

Влияние параметров процесса на качество хроматографического разделения. Факторы, влияющие на селективность и эффективность разделения.

#### **Тема 6. Газовая хроматография.**

Классификация методов газовой хроматографии. Газотвердофазная хроматография. Классификация адсорбентов в газотвердофазной хроматографии. Газожидкостная хроматография. Неподвижные фазы в газовой хроматографии. Способы их получения и подготовки. Методы нанесения НЖФ на носитель. Классификация носителей в газожидкостной хроматографии. Требования к ним. Способы подготовки. Характеристики неподвижных жидких фаз (НЖФ) в газожидкостной хроматографии.

Особенности газовых хроматографов. Способы введения жидких и газовых проб. Материалы для колонок. Детекторы. Общие требования к детекторам. Основные характеристики детекторов. Неионизационные детекторы (детектор по теплопроводности (катарометр), пламенно-фотометрический детектор): принцип работы, детектируемые вещества, пределы обнаружения. Ионизационные детекторы (пламенно-ионизационный, термоионный, детектор электронного захвата): принципы действия, детектируемые вещества, пределы обнаружения.

Способы концентрирования микропримесей из воздуха, вод и почв.

#### **Тема 7. Анализ и методы расчета хроматограмм.**

Качественный анализ. Относительное удерживание, индексы удерживания Ковача. Количественный анализ. Методы расчета хроматограмм: метод нормировки, метод внешнего стандарта и метод внутреннего стандарта.

### **Тема 8. Жидкостная хроматография.**

Особенности жидкостной хроматографии. Классификация разновидностей метода жидкостной хроматографии. Принципиальная схема жидкостного хроматографа. Система ввода пробы (дозатор). Принципы детектирования в жидкостной хроматографии. Фотометрический, флуоресцентный, рефрактометрический и электрохимические детекторы.

*Распределительная (жидкость-жидкостная) хроматография.* Сущность метода. Неподвижные фазы: иммобилизованные жидкости и химически закрепленные обращенные и нормальные фазы. Подвижные фазы, элюирующая сила подвижной фазы. Элюотропный ряд растворителей. Применение распределительной жидкостной хроматографии при анализе объектов окружающей среды.

*Адсорбционная жидкостная хроматография.* Нормально-фазовая (НФХ) и обращенно-фазовая (ОФХ) хроматографии. Неподвижные и подвижные фазы. Элюирующая сила подвижной фазы. Классификация растворителей.

*Ионная хроматография.* Классические и высокоэффективные методы. Неподвижные фазы, требования, предъявляемые к ним. Классификация ионообменников. Минеральные иониты. Иониты на основе синтетических смол поликонденсационного и полимеризационного типов: синтез, строение и свойства. Полная и динамическая обменная емкость ионитов, их определение. Селективность ионного обмена. Экспериментальные приемы колоночных разделений в ионообменной хроматографии: ионная хроматография с использованием подавляющей колонки и одноколоночная ионная хроматография. Ион-парная хроматография.

*Гель-хроматография.* Молекулярная эксклюзия. Неподвижные фазы.

Подвижные фазы. Детекторы. Применение гель-хроматографии.

*Бумажная и тонкослойная распределительная хроматография.*

Тонкослойная хроматография: возможности, преимущества, недостатки.

Неподвижные и подвижные фазы. Нанесение пробы и получение хроматограмм. Детектирование. Коэффициент удерживания и коэффициент емкости. Применение тонкослойной хроматографии.

*Сверхкритическая флюидная хроматография. Аппаратура.*

Неподвижные и подвижные фазы. Детекторы. Показатели эффективности СФХ. Применение сверхкритической флюидной хроматографии в анализе объектов окружающей среды.

## **Тема 9. Капиллярный электрофорез как метод разделения и концентрирования.**

Сущность метода. Электроосмотический поток и его использование для разделения веществ. Приборы для капиллярного электрофореза. Возможности метода.

## **Тема 10. Гибридные методы анализа.**

Сочетание методов разделения и концентрирования с методами конечного определения.

### **2. Темы лабораторных, семинарских занятий и коллоквиумов (если предусмотрены).**

При изучении дисциплины предусмотрены следующие лабораторные работы:

- ✓ Экстракционно-фотометрическое определение меди в пробах питьевых и природных вод.
- ✓ Ионообменное разделение меди и цинка в виде хлоридных комплексов с последующим комплексометрическим определением.
- ✓ Определение содержания кальция и магния в доломитах.

3. Перечень примерных контрольных вопросов и заданий для самостоятельной работы.

- 1) Назовите основные способы устранения мешающего влияния компонентов при анализе сложных по составу объектов.
- 2) Дайте определение понятиям «разделение», «концентрирование», «выделение».
- 3) Что такое относительное и абсолютное концентрирование?
- 4) Какой параметр количественно характеризует возможность разделения двух и более компонентов?
- 5) Какой параметр используется для оценки эффективности концентрирования?
- 6) Дайте определение следующих понятий: экстракция, экстрагент, разбавитель, экстракт.
- 7) Дайте определение понятию коэффициент разделения. Укажите условия разделения двух веществ А и В, если объемы фаз равны.
- 8) Дайте определение понятию степень извлечения. Каким образом степень извлечения связана с коэффициентом распределения?
- 9) Назовите основные типы экстрагирующихся веществ.
- 10) Как зависит экстракция комплексных металлокислот от заряда и размера аниона?
- 11) Как зависит экстракция комплексных металлокислот от сольватирующей способности экстрагента.
- 12) Напишите химическую реакцию, описывающую процесс экстракции  $Me^{2+}$  в форме хелата  $MeL_2$  реагентом  $HL$ , находящимся в органической фазе, и соответствующее ему выражение для константы экстракции.
- 13) Зависит ли величина коэффициента распределения хелата от pH среды и какая между ними связь?
- 14) Зависит ли экстракция внутрикомплексного соединения от концентрации реагента?
- 15) Как связана константа экстракции комплекса с его константой

- устойчивости, константой кислотной ионизации реагента и константами распределения комплекса и реагента?
- 16) Как влияет температура на процесс экстракции?
  - 17) Каким образом учитывается влияние конкурирующих реакций в водной фазе на экстракцию внутрикомплексных соединений?
  - 18) Перечислите основные практические аспекты выбора растворителя для экстракции?
  - 19) Что характеризует параметр  $pH_{1/2}$ ?
  - 20) В чем сущность методов хроматографии?
  - 21) Можно ли сделать вывод о природе вещества на основании хроматографических данных?
  - 22) Как выглядит выходная кривая при фронтальном способе получения хроматограммы смеси соединений А, В, и С, если коэффициенты распределения увеличиваются от А к С?
  - 23) Почему нежелательны слишком высокие и очень низкие значения коэффициентов распределения?
  - 24) Нарисуйте интегральную и дифференциальную кривые элюирования соединений А, В и С (пики разрешены до базовой линии).
  - 25) В чем преимущества элюентной хроматографии перед фронтальной и вытеснительной?
  - 26) Дать определение следующих понятий: а) высота хроматографического пика; б) ширина хроматографического пика; в) приведенный удерживаемый объем; г) общий удерживаемый объем.
  - 27) Что такое относительный удерживаемый объем и относительное время удерживания?
  - 28) Почему предпочитают использовать величину исправленного объема удерживания, а не удерживаемого объема?
  - 29) Что такое мертвый объем колонки? Какие объемы он в себя включает?
  - 30) Почему в хроматографическую колонку вводят обычно малые

количества определяемых соединений?

- 31) Какие параметры хроматографического пика используют для количественного анализа?
- 32) Что такое стандартное отклонение хроматографического пика? В каких единицах измеряется эта величина?
- 33) Что является наиболее важной причиной размывания хроматографического пика?
- 34) Коэффициент распределения компонента А больше, чем компонента В. Сравните  $V_R(A)$  и  $V_R(B)$ ;  $R_f(A)$  и  $R_f(B)$ .
- 35) Почему для оценки вкладов различных факторов в размывание хроматографического пика используют их дисперсии?
- 36) Как экспериментально определить высоту, эквивалентную теоретической тарелке?
- 37) Какая из теорий хроматографии дает основу для оптимизации хроматографического процесса?
- 38) Какие величины характеризуют эффективность хроматографической колонки? Как ее повысить?
- 39) Как оценить эффективность разделения в хроматографии?
- 40) Почему выражение  $V_R' = DV_S$  считают основным уравнением хроматографии?
- 41) Нарисуйте зависимость высоты, эквивалентной теоретической тарелке, от скорости потока подвижной фазы в газовой и жидкостной хроматографии.
- 42) Какие числовые значения может принимать величина  $H$ ? Каково теоретически минимальное значение?
- 43) Какие хроматографические условия надо менять, чтобы уменьшить вклад в величину  $H$  трех составляющих уравнения Ван-Деемтера?
- 44) Изобразите графически  $4\sigma$ -разделение соединений А и В; чему в этом случае равно в этом случае разрешение?
- 45) Изобразите графически  $6\sigma$ -разделение соединений А и В; чему в этом

случае равно в этом случае разрешение?

- 46) Изобразите графически зависимость эффективности колонки от селективности при  $R_s=1$ ;  $R_s=2$ .
- 47) Назовите источники систематических погрешностей при хроматографических определениях.
- 48) Как связана форма пика с видом изотермы сорбции?
- 49) В чем сущность хроматографического разделения по методу: а) газотвердофазной хроматографии; б) газожидкостной хроматографии; в) распределительной жидкостной хроматографии; г) осадочной хроматографии; д) тонкослойной хроматографии; е) ионообменной хроматографии?
- 50) Каковы области применения, достоинства и недостатки методов газовой хроматографии?
- 51) Какие устройства используют в качестве дозаторов?
- 52) Что представляют собой: а) дифференциальные детекторы; б) интегральные детекторы?
- 53) Каков принцип работы дифференциальных детекторов: а) катарометра; б) термохимического; в) ионизационного (или пламенно-ионизационного); г) термоионного?
- 54) Назовите три способа детектирования в газовой и жидкостной хроматографии.
- 55) Какие детекторы предпочтительнее в хроматографическом анализе - универсальные или селективные?
- 56) Величина сигнала каких детекторов в газовой хроматографии зависит от природы газа-носителя?
- 57) Почему при использовании в качестве детектора катарометра теплопроводность газа-носителя должна быть как можно большей?
- 58) Какую информацию можно получить из хроматограмм при использовании двух последовательно соединенных детекторов?
- 59) Какой детектор вы бы выбрали при анализе объектов окружающей

среды на содержание пестицидов? Укажите условия приготовления образца и проведения газохроматографического разделения.

- 60) Что такое коэффициент селективности работы колонки? Каково условие количественного разделения двух компонентов смеси?
- 61) Коэффициент распределения  $D$  для вещества А в данной хроматографической колонке больше, чем для вещества В. Какое вещество выйдет из колонки первым?
- 62) В чем сущность качественного хроматографического анализа по величине удерживаемого объема?
- 63) Какие вещества обычно служат образцами сравнения при определении индекса Ковача?
- 64) Почему результаты идентификации веществ более надежны, если использовать индексы удерживания, а не удерживаемый объем?
- 65) В чем сущность методов количественного анализа: а) абсолютной калибровки; б) внутренней нормализации (нормировки); в) внутреннего стандарта?
- 66) В каких случаях в количественном хроматографическом анализе измеряют высоту пика? площадь пика?
- 67) Перечислите способы измерения площади хроматографического пика.
- 68) Какие экспериментальные данные подтверждают, что исследователь проводит количественный хроматографический анализ в области линейности изотермы сорбции?
- 69) Какие требования предъявляются к неподвижной жидкой фазе в газожидкостной хроматографии? Какие вещества используют в качестве жидкой фазы, в качестве твердого носителя?
- 70) Какова роль подвижной фазы в газовой и жидкостной хроматографии?
- 71) Приведите примеры неподвижных фаз в газотвердофазной и газожидкостной хроматографии.



- 72) Какую неподвижную фазу в газожидкостной хроматографии называют селективной?
- 73) Приведите примеры неподвижных фаз в адсорбционной высокоэффективной жидкостной хроматографии.
- 74) Сравните размеры хроматографических колонок в газовой и высокоэффективной жидкостной хроматографии.
- 75) Сравните скорость потока подвижной фазы в газовой и жидкостной хроматографии.
- 76) Почему в жидкостной хроматографии предпочитают подвижные фазы с низкой вязкостью?
- 77) Сравните эффективность различных вариантов газовой и жидкостной хроматографии. Как ее повысить?
- 78) Что такое градиентное элюирование в газовой и жидкостной хроматографии?
- 79) Какие преимущества дает программирование температуры в газовой хроматографии?
- 80) Чем отличаются нормально- и обращенно-фазовый вариант ВЭЖХ?
- 81) Как получить на основе гидрофобизированного силикагеля адсорбент для ион-парной хроматографии?
- 82) Каковы области применения, достоинства и недостатки методов адсорбционной хроматографии?
- 83) Какие требования предъявляются к адсорбентам и растворителям? Назовите наиболее распространенные растворители и адсорбенты в жидкостной хроматографии.
- 84) В чем сущность ионообменной хроматографии?
- 85) Как повысить элюирующую силу подвижной фазы в ионной хроматографии, в нормально-фазовой и обращенно-фазовой ВЭЖХ?
- 86) Какие неподвижные фазы используют в ионной хроматографии для разделения анионов и катионов?
- 87) Какие выводы можно сделать на основании кривых титрования

- ионообменников? Какие их характеристики можно определить?
- 88) Что такое обменная емкость ионообменников?
- 89) Как определяют: а) статическую обменную емкость ионита; б) динамическую емкость ионита?
- 90) Зависит ли селективность ионообменника от его емкости?
- 91) Как изменяется способность к катионному обмену при переходе от одного элемента к другому в группах Периодической системы?
- 92) Коэффициенты распределения ионов на катионите КУ-2 из 5 М  $\text{CH}_3\text{COOH}$  составляют:  $\text{Zn}^{2+} - 3.3$ ;  $\text{Co}^{2+} - 4.5$ ;  $\text{Fe}^{3+} - 3$ ;  $\text{In}^{3+} - 3$ ;  $\text{Ga}^{3+} - 3.3$ ;  $\text{Pb}^{2+} - 5$ ;  $\text{Bi}^{3+} - 2$ . Какие из ионов могут быть выделены в отдельные фракции в результате пропускания через катионит следующих смесей: а)  $\text{Bi}^{3+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ; б)  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Ga}^{3+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ; в)  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{In}^{3+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ?
- 93) Как изменяется способность к катионному обмену при переходе от одного элемента к другому в группах Периодической системы?
- 94) Какая стадия процесса ионного обмена является лимитирующей при низких ( $<0.01$  М) и высоких ( $>0.01$  М) концентрациях сорбата?
- 95) В чем сущность распределительной хроматографии на бумаге? Дать определение  $R_f$ .
- 96) В каком интервале значений может изменяться величина  $R_f$ ?
- 97) Как обнаруживают и идентифицируют компоненты на бумажных и тонкослойных хроматограммах?
- 98) Каковы преимущества двухмерной хроматографии перед простой одномерной бумажной или ТСХ?
- 99) Как выполняют качественный анализ методом распределительной жидкостной хроматографии на бумаге: а) смеси катионов; б) смеси органических соединений (аминокислот)?
- 100) Значения  $R_f$  при хроматографическом разделении ионов на бумаге в среде бутанола, насыщенного 2 М  $\text{HCl}$ , составляют:  $\text{Cd} - 0.6$ ;  $\text{Zn} - 0.6$ ;  $\text{Bi} - 0.5$ ;  $\text{Al} - 0.1$ ;  $\text{Co} - 0.1$ ;  $\text{Ca} - 0.0$ . Какие из ионов не могут быть четко идентифицированы из смеси: а)  $\text{Zn}$ ,  $\text{Al}$ ,  $\text{Co}$ ; б)  $\text{Cd}$ ,  $\text{Zn}$ ,  $\text{Co}$ ; в)  $\text{Bi}$ ,  $\text{Al}$ ,  $\text{Ca}$ ?

- 101) Как выполняют количественный анализ методом распределительной жидкостной хроматографии на бумаге?
- 102) Изобразите форму пятна на плоскостной хроматограмме, соответствующую линейной, выпуклой и вогнутой изотерме сорбции.
- 103) Каковы области применения, достоинства и недостатки: а) тонкослойной хроматографии; б) осадочной хроматографии; в) ионообменной хроматографии.
- 104) Какие методы позволяют хроматографировать несколько образцов?
- 105) В каком хроматографическом методе основной фактор, определяющий удерживание компонента, – растворение в неподвижной фазе?
- 106) Как зависит время (объем) удерживания от растворимости соединений в подвижной фазе?
- 107) Как изменяется время (объем) удерживания молекул в геле-хроматографии с увеличением их размера?
- 108) Какие задачи позволяет решать гибридный метод – хроматомасс-спектрометрия?
- 109) Назовите перспективные хроматографические методы. Каковы пути их развития?

4. Примерная тематика рефератов, курсовых работ (если предусмотрены).

5. Примерный перечень вопросов к экзамену (зачету).

- 1) Осаждение труднорастворимых соединений как метод разделения и концентрирования. Маскирование мешающих ионов. ЭДТА как маскирующий агент.
- 2) Осаждение труднорастворимых соединений как метод разделения и концентрирования. Обоснуйте, возможно ли разделение никеля и магния путем осаждения гидроксидов, если исходные концентрации хлоридов никеля и магния в растворе составляют 0,01 моль/л, а значения произведений

растворимости гидроксидов равны  $2,0 \cdot 10^{-15}$  и  $6,0 \cdot 10^{-10}$  соответственно.

- 3) Влияние кислотности раствора и комплексообразования на селективность осаждения. Обоснуйте, возможно ли разделение кальция и свинца путем осаждения оксалатов в присутствии комплексообразующего агента ЭДТА из 0.1 М раствора по кальцию и свинцу.
- 4) Количественные характеристики процессов разделения и концентрирования.
- 5) Соотношение между коэффициентом распределения и фактором извлечения в экстракции.
- 6) Экстракция как метод разделения и концентрирования. Коэффициент распределения вещества А в системе  $\text{CHCl}_3 - \text{H}_2\text{O}$  равен 10. Каково число экстракций, за которое вещество А можно перевести из 25 мл водной фазы в слой хлороформа ( $V_{\text{CHCl}_3} = 2,0$  мл) на 99,8%?
- 7) Применение экстракции для разделения и концентрирования в анализе объектов окружающей среды.
- 8) Типы экстрагирующихся соединений (по Золотову).
- 9) Экстракция координационно несольватированных нейтральных соединений.
- 10) Экстракция координационно-сольватированных солей.
- 11) Экстракция координационно сольватированных комплексных металлокислот.
- 12) Экстракция координационно-несольватированных солей.
- 13) Экстракция минеральных кислот.
- 14) Экстракция гетерополисоединений.
- 15) Экстракция комплексных металлокислот.
- 16) Экстракция внутрикомплексных соединений.
- 17) Влияние pH водной фазы на процесс экстракции

внутрикомплексных соединений.

- 18) Влияние устойчивости образующегося ВКС на процесс экстракции.
- 19) Влияние природы растворителя и температуры на процесс экстракции внутрикомплексного соединения.
- 20) Учет влияния конкурирующих реакций в водной фазе на процесс экстракции.
- 21) Характеристика наиболее часто используемых реагентов: ацетилацетон, оксихинолин, дитизон, диэтилдитиокарбаминат натрия.
- 22) Железо (III) экстрагировали в виде  $\text{HFeCl}_4$  из 6 М  $\text{HCl}$  равным объемом метилизобутилкетона. Исходная концентрация  $\text{Fe(III)}$  в водной фазе равна 10,0 мкг/мл, а остаточная концентрация после экстракции – 0,1 мкг/мл. Какова степень извлечения  $\text{Fe(III)}$  в процентах?
- 23) Абсолютное и относительное концентрирование.
- 24) Использование экстракции в процессах концентрирования микропримесей в различных объектах окружающей среды.
- 25) Хроматография как метод разделения и концентрирования.
- 26) Использование хроматографии в процессах разделения и концентрирования примесей в реальных объектах.
- 27) Классификация хроматографических методов по механизму взаимодействия сорбента и сорбата.
- 28) Хроматографический сигнал и его основные параметры. Коэффициент емкости.
- 29) Основные уравнения хроматографии.
- 30) Основные положения теории теоретических тарелок.
- 31) Количественные меры эффективности хроматографической колонки.

- 32) Основные положения диффузионно-массообменной теории в хроматографии.
- 33) Уравнение Ван-Деемтера.
- 34) Газовая хроматография, преимущества и недостатки.
- 35) Характеристика газотвердофазной хроматографии.
- 36) Адсорбенты в газотвердофазной хроматографии.
- 37) Газожидкостная хроматография. Использование при анализе объектов окружающей среды.
- 38) Вещества, используемые в качестве носителей неподвижных жидких фаз.
- 39) Неподвижные жидкие фазы (НЖФ) в газожидкостной хроматографии.
- 40) Характеристики полярности НЖФ.
- 41) Критерии выбора неподвижных жидких фаз.
- 42) Принципиальная схема газохроматографической установки.
- 43) Характеристика основных типов колонок, применяемых в газовой хроматографии.
- 44) Общие сведения о детекторах.
- 45) Классификация детекторов.
- 46) Детектор по теплопроводности. Конструкция. Принцип действия. Предел детектирования. Определяемые вещества.
- 47) Пламенно-фотометрический детектор: конструкция, принцип действия, определяемые вещества.
- 48) Детектор электронного захвата (ДЭЗ): конструкция, принцип действия. Определяемые вещества. Предел детектирования.
- 49) Пламенно-ионизационный детектор (ПИД): конструкция, принцип действия. Определяемые вещества. Предел детектирования.

- 50) Термоионный детектор: устройство, принцип работы. Определяемые вещества. Предел детектирования.
- 51) Газожидкостная хроматография. Применение, неподвижные фазы для газожидкостной хроматографии.
- 52) Режимы хроматографического анализа: изотермический и программируемой температуры.
- 53) Качественный газохроматографический анализ объектов окружающей среды.
- 54) Количественный газохроматографический анализ объектов окружающей среды.
- 55) Приемы количественного газохроматографического анализа.
- 56) Методы расчета хроматограмм.
- 57) Достоверность результатов хроматографического определения и источников погрешности.
- 58) Жидкостная колоночная хроматография, основная характеристика.
- 59) Принципиальная схема жидкостного хроматографа.
- 60) Неподвижные фазы жидкостной хроматографии.
- 61) Фотометрический детектор: устройство, принцип действия. Определяемые вещества.
- 62) Флуоресцентные детекторы: устройство, принцип действия. Определяемые вещества.
- 63) Рефрактометрический детектор: устройство, принцип действия. Определяемые вещества.
- 64) Основные электрохимические детекторы: устройство, принцип действия. Определяемые вещества.
- 65) Распределительная (жидкость-жидкостная) хроматография.
- 66) Химически закрепленные фазы.

- 67) Подвижные фазы. Элюирующая сила подвижной фазы.  
Элюотропные ряды.
- 68) Адсорбционная жидкостная хроматография.
- 69) Нормально-фазовая адсорбционная хроматография.  
Подвижная и неподвижная фазы.
- 70) Обращенно-фазовая адсорбционная хроматография.  
Подвижная и неподвижная фазы.
- 71) Требования, предъявляемые к подвижной фазе в жидкостной хроматографии.
- 72) Классическая ионообменная хроматография в анализе объектов окружающей среды.
- 73) Неорганические ионообменные материалы: получение, строение, обменные свойства. Преимущества и недостатки.
- 74) Ионообменные смолы: получение, строение, обменные свойства. Преимущества и недостатки.
- 75) Обменная емкость ионитов и ее определение.
- 76) Физико-химические свойства ионообменников.
- 77) Ионообменное равновесие. Коэффициент селективности.
- 78) Селективность ионного обмена.
- 79) Подвижные фазы для хроматографического разделения с использованием ионообменников.
- 80) Кинетика ионного обмена.
- 81) Особенности метода ионной хроматографии.
- 82) Особенности ион-парной хроматографии.
- 83) Особенности лигандобменной хроматографии.
- 84) Высокоэффективная жидкостная хроматография.  
Принципиальная схема хроматографической установки.
- 85) Детекторы в высокоэффективной жидкостной хроматографии. Возможности метода.
- 86) Ионная хроматография с использованием подавляющей



колонки.

- 87) Одноколоночная ионная хроматография.
- 88) Особенности гель-хроматографии. Возможности метода.
- 89) Характеристика неподвижных и подвижных фаз в гель-проникающей хроматографии.
- 90) Характеристика гель-проникающей хроматографии.
- 91) Характеристика гель-фильтрационной хроматографии.
- 92) Проточный вискозиметр – специфический детектор для анализа высокомолекулярных соединений.
- 93) Экспериментальные приемы колоночных разделений в хроматографии.
- 94) Плоскостная хроматография. Применение тонкослойной хроматографии в анализе реальных объектов окружающей среды.
- 95) Получение и анализ плоскостных хроматограмм.
- 96) Тонкослойная хроматография: возможности, преимущества, недостатки.
- 97) Бумажная хроматография: возможности, преимущества, недостатки при анализе объектов окружающей среды.
- 98) Количественный анализ в методе ТСХ.
- 99) Идентификация органических соединений в методе ТСХ.
- 100) Сверхкритическая флюидная хроматография. Возможности метода в анализе объектов окружающей среды.
- 101) Капиллярный электрофорез а анализе питьевых, природных и сточных вод.

### III. Распределение часов курса по темам и видам работ

№ п/п	Наименование разделов и тем	ВСЕГО (часов)	Аудиторные занятия (час)		Самостоя- тельная работа
			в том числе		
			Лекции	Практические (семинары, лабораторные работы)	
1.	Предмет и задачи курса	4	2		2
2.	Разделение методом осаждения	22	2	18	2
3.	Экстракция как метод разделения и концентрирования	28	4	18	6
4.	Хроматография как метод разделения и концентрирования	4	2		2
5.	Физико- химические основы хроматографическ ого процесса	6	2		4
6.	Газовая хроматография	10	4		6
7.	Анализ и методы расчета хроматограмм	3	1		2
8.	Жидкостная хроматография	31	5	16	10
9.	Капиллярный электрофорез как метод разделения и концентрирования	6	2		4
10.	Гибридные методы анализа	6	2		4
	ИТОГО:	120	26	52	42

#### **IV. Форма итогового контроля**

Экзамен и зачет.

#### **V. Учебно-методическое обеспечение курса**

##### 1. Рекомендуемая литература (основная)

- I. Основы аналитической химии: Учеб. для вузов / Ю.А. Золотов, Е.Н. Дорохова, В.И. Фадеева и др.; Под ред. Ю.А. Золотова: В 2 кн. М.: Высш.шк., 2000. Кн. 1: Общие вопросы. Методы разделения.
- II. Основы аналитической химии: Практ. руководство / Под ред. Ю.А. Золотова. М.: Высш.шк., 2001.
- III. Основы аналитической химии: Задачи и вопросы / Под ред. Ю.А. Золотова. М.: Высш.шк., 2002.
- IV. Скуг Д., Уэст Д. Основы аналитической химии. М.: Мир, 1979. Т.1, 2.
- V. Петерс Д., Хайес Дж., Хифтье Г. Химическое разделение и измерение. М.: Мир, 1978. Т.1, 2.
- VI. Золотов Ю.А., Кузьмин Н.М. Концентрирование микроэлементов. М.: Химия. 1982.
- VII. Золотов Ю.А., Кузьмин Н.М. Экстракционное концентрирование. М.: Химия. 1971.
- VIII. Риман В., Уолтон Г. Ионообменная хроматография в аналитической химии. М.:Мир. 1973.
- IX. Гольберт К.А., Вигдергауз М.С. Введение в газовую хроматографию. М.: Химия, 1990.
- X. Скорик Ю.А., Неудачина Л.К. Комплексонометрический анализ неорганических материалов. Метод. указания к лабораторным работам по аналитической химии. Екатеринбург, 2001.

##### 2. Рекомендуемая литература (дополнительная)

- I. Морозов А.А. Хроматография в неорганическом анализе. М.: Высш.шк., 1972.

- II. Руководство по газовой хроматографии. В 2-х кн. Под ред. Лейбница Э., Штруппе Х.Г.// М.: Мир. 1988.
- III. Вяхирев Д.А., Шушунова А.Ф. Руководство по газовой хроматографии. М.: Высшая школа, 1988.
- IV. Руководство по газовой хроматографии. В 2-х ч. Под ред. Э.Лейбница, Х.Г.Штруппе. М.: Мир, 1988.
- V. Бражников В.В. Детекторы для хроматографии. М.: Машиностроение, 1992.
- VI. Гото М., Джинно К., Исии Д. и др. Введение в микромасштабную высокоэффективную жидкостную хроматографию. М.: Мир, 1991.
- VII. Шатц В.Д., Сахартова О.В. Высокоэффективная жидкостная хроматография. Рига: Зинатие, 1988.
- VIII. Сакодынкий К.И., Бражников В.В., Волков С.А. и др. Аналитическая хроматография. М.: Химия, 1993.
- IX. Фритц Дж., Гьерде Д., Поланд К. Ионная хроматография. М.: Мир, 1984.
- X. Белявская Т.А., Большова Т.А., Брыкина Г.Д. Хроматография неорганических веществ. М.: Высш.шк., 1986.
- XI. Рудаков О.Б., Селеменев В.Ф. Физико-химические системы сорбат – сорбент – элюент в жидкостной хроматографии. Воронеж, 2003.
- XII. Рудаков О.Б., Востров И.А., Федоров С.В. и др. Спутник хроматографиста. Воронеж: Водолей, 2004.
- XIII. Лурье А.А. Сорбенты и хроматографические носители. М.: Химия, 1972.
- XIV. Другов Ю.С., Родин А.А. Анализ загрязненных биосред и пищевых продуктов. М.: Бином, 2007.
- XV. Другов Ю.С., Родин А.А. Газохроматографическая идентификация загрязнений воды и почвы. С.Пб.: Теза, 1999.

XVI. Другов Ю.С., Зенкевич И.Г., Родин А.А. Газохроматографическая идентификация загрязнений воздуха, воды, почвы и биосред. М.: Бином ЛЗ, 2005.

3. Перечень обучающих, контролирующих компьютерных программ, кино- и телефильмов, мультимедиа и т.п.

#### **VI. Ресурсное обеспечение (если требуется)**

1. Лаборатории (в том числе, вузовско-академические), музеи, гербарии, биостанция, ботанический сад, астрономическая обсерватория и т.д.

Лабораторные занятия по специальному курсу «Методы разделения и концентрирования в анализе объектов окружающей среды» проходят на кафедре аналитической химии УрГУ.

2. Приборная база, лабораторное оборудование, материалы.

Используется приборная база кафедры аналитической химии УрГУ:

- спектрофотометры СФ-46, HELIOS  $\alpha$ , колориметры концентрационные КФК-2 и КФК-3,
- ионометры ЭВ-74 и И-130М,
- атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно-связанной плазмой iCAP 6500,
- атомно-абсорбционный спектрометр Solaar 6M,
- исследовательский комплекс на базе ИК-Фурье спектрометра Nicolet 6700,
- спектрофлуориметр ФЛЮОРАТ-02-ПАНОРАМА,
- криоспектральная система Крио-2 (приставка к «Флюорат-02»),
- система капиллярного электрофореза КАПЕЛЬ 105 М,
- система микроволновой пробоподготовки MARC 5,
- высокоэффективный жидкостный хроматограф типа LC-20,
- газовый хроматограф с цифровым контролем газа-носителя Termo Focus GC,
- весы аналитические Sartorius.

3. Натурные объекты, коллекции, модели

4. Базы данных

5. Компьютерные классы

Студенты имеют возможность проводить обработку полученных результатов в компьютерном классе химического факультета.